(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
15. März 2001 (15.03.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/18130 A1

(51) Internationale Patentklassifikation[7]: C09D 5/03, 5/46

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/08243

(22) Internationales Anmeldedatum:
24. August 2000 (24.08.2000)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
199 41 814.4 2. September 1999 (02.09.1999) DE

(71) Anmelder: CLARIANT GMBH [DE/DE]; Brüningstrasse 50, 65929 Frankfurt am Main (DE).

(72) Erfinder: MARTINI, Thomas; Odenwaldstrasse 5, 65779 Kelkheim-Fischbach (DE). WINTER, Wolfgang; Margaretenstrasse 5, 65760 Eschborn (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(national)*: CN, JP, TR.

(84) Bestimmungsstaaten *(regional)*: europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Veröffentlicht:
— *Mit internationalem Recherchenbericht.*

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

WO 01/18130 A1

(54) Title: METHOD FOR BRIGHTENING WORKPIECES BY POWDER COATING

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUM AUFHELLEN VON WERKSTÜCKEN DURCH PULVERBESCHICHTUNG

(57) Abstract: The invention relates to a method for optically brightening workpieces by powder coating the workpiece with more than 2 ppm of an optical brightening agent and with power containing a white pigment, resin and, optionally, additional auxiliary agents. After coating the workpiece, the coating material is burned in.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung optisch aufgehellter Werkstücke durch Pulverbeschichtung des Werkstücks mit mehr als 2 ppm optischem Aufheller, sowie Weisspigment, Harz und gegebenenfalls weitere Hilfsstoffe enthaltenden Pulver, und nachfolgendes Einbrennen des Beschichtungsmaterials.

Verfahren zum Aufhellen von Werkstücken durch Pulverbeschichtung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufhellen von Werkstücken, indem man diese einer Pulverbeschichtung mit optischen Aufhellern unterzieht.

Für Gegenstände des täglichen Bedarfs ist häufig die Farbe weiß erwünscht. Es besteht daher die Notwendigkeit, Werkstücke, die für die Herstellung solcher Gegenstände verwendet werden, in weiß auszuführen. Gemäß Stand der Technik wird als weißes Pigment hauptsächlich Rutil (TiO_2) verwendet. Auf diese Weise weiß gefärbte Gegenstände zeigen aber einen unerwünschten Gelbton.

Die vorliegender Erfindung zugrunde liegende Aufgabe bestand also darin, ein Verfahren aufzufinden, durch welches ein weißerer Farbton bei der Pulverbeschichtung von Werkstücken mit Weißpigmenten erzielt werden kann.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass optische Aufheller in solchen Pulverbeschichtungen verwendet werden können.

Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung optischer Aufheller in Mengen von 50 bis 1000 ppm, bezogen auf die Gesamtmasse des Beschichtungsmaterials bei der Pulverbeschichtung von Werkstücken mit Weißpigmenten und Harzen.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung optisch aufgehellter Werkstücke durch Pulverbeschichtung des Werkstücks mit einem 50 bis 1000 ppm optischen Aufheller, sowie Weißpigment, Harz und gegebenenfalls weitere Hilfsstoffe enthaltenden Pulver, und nachfolgendes Einbrennen dieses Beschichtungsmaterials.

Die Pulverbeschichtung von Werkstücken erfolgt im allgemeinen nach zwei Verfahren:

1. Elektrostatische Pulverbeschichtung
2. Pulverbeschichtung nach Wirbelsinterverfahren

Bei der elektrostatischen Pulverbeschichtung wird das Pulver durch Preßluft mit geringem Druck zur Sprühpistole geführt und im Sprühkopf durch eine angelegte Hochspannung (30 - 140 kV) bei max. 0,2 Ampere elektrostatisch aufgeladen (Corona-Aufladung). Alternativ dazu gibt es auch die Tribo-Aufladung, wobei die Pulverpartikel mit hoher Geschwindigkeit an einer Oberfläche entlang gerieben werden, wodurch sie sich aufladen. Zwischen dem geerdeten Werkstück und dem Sprühkopf entsteht ein elektrostatisches Feld, in dem die geladenen Pulverteilchen in Richtung der Feldlinien zum Werkstück fliegen und sich dort niederschlagen.

Die gleichen Aufhelleffekte erzielt man wenn man an Stelle der elektrostatischen Pulverbeschichtung das sogenannte Wirbelsinterverfahren verwendet.

Bei diesen Verfahren wird ein auf Temperaturen von 200 - 400°C erwärmtes Werkstück aus Metall, Glas, oder Keramik für kurze Zeit in ein aufgewirbeltes thermoplastisches Kunststoffpulver eingetaucht, wobei dieses auf dem heißen Werkstück zu einem zusammenhängenden Film schmilzt und dabei den optischen Aufheller löst und zur Fluoreszenz bringt. Auf diese Art und Weise sind kompliziert gestaltete und großflächige Werkstücke bequem optisch aufzuhellen. Detailangaben zum Wirbelsinterverfahren können aus Kunststoffe, Bd. 59, 1969, Heft 10, Seiten 655 bis 658, entnommen werden. Ein ähnliches Verfahren das sich eignet, Werkstücke mittels Pulverbeschichtung aufzuhellen, ist das elektrostatische Wirbelbadverfahren. Die Fluidisierung des Beschichtungspulvers erfolgt bei diesem Verfahren nicht mit Druckluft, sondern durch einen elektrostatischen Vibrator der aus einer plattenförmigen Elektrode a und

stabförmigen Elektroden b gebildet wird. Zwischen a und b liegt eine Wechselspannung von ca. 12 Volt. Die zwischen den Elektroden liegenden Pulverteilchen werden dadurch ständig umpolarisiert und stoßen sich gegenseitig ab. Gleichzeitig werden sie von dem ebenfalls ständig umpolarisierten Boden der Beschichtungskammer abgestoßen. Dies führt zu einem heftigen Aufwirbeln des Pulvers.

Die Abscheidung der Pulverteilchen erfolgt rein elektrostatisch durch eine zusätzliche regulierbare Gleichspannung von maximal 50 kV, die zwischen den Elektroden und den geerdeten Werkstücken anliegt.

Entsprechend der Zusammensetzung der Pulvermaterialien werden die Pulver einem Einbrennprozess von 160 - 220°C über eine Dauer von 10 bis 20 min auf dem Werkstück eingebrannt. Eine Detailbeschreibung beider Verfahren findet man in "Journal für Oberflächentechnik" 1995/2, Seiten 22 bis 28. Die zur Anwendung gelangenden Harze weisen folgende chemische Grundstrukturen auf:

A) Temperaturhärtbare Pulverlacke

Acryl-Derivate (Epoxy)
Polyanhydride aliphatischer Carbonsäuren

Acrylderivate (OH)
Isocyanate

Acrylderivate (Säure)
Triglycidylisocyanurate (TGIC)

Acrylderivate (GMA)
Dodecandiocsäure (DDA)

Epoxy-Derivate
Acceleriertes Dicyandiamid (DICY)
Substituiertes Dicyandiamid
Salz einer Polycarbonsäure/cyclische Amidine
Imidazole/Imidazoline
Polyester mit Carbonsäure-Endgruppen (COOH) HYBRID (Mischung)
Lineare Phenolharze
Cresol-Novolake (basierend auf Phenol, o-Cresol, Novolak-Glycidether)

Polyester (COOH)
Epoxy HYBRID (Mischung)
Triglycidylisocyanurat (TGIC) oder Alternative

Polyester (OH)
Isocyanate

B) Thermoplastische Pulverlacke

Polyolefine
Polyethylen
Polypropylen

Vinylpolymere
PVC
Andere

Polyamide
Polyester
Celluloseester
Andere

Zusätzlich mit dem Basisharz können Additive wie Fließmittel, Blockierungsmittel, Füllstoffe, wie $BaSO_4$ oder $CaCO_3$ und Pigmente wie TiO_2 eventuell in Kombination mit organischen oder anorganischen Pigmenten eingesetzt werden. Auch Mattierungsmittel und Wachse finden als Additive Anwendung.

Die Materialien werden vorgemischt und über Ein- bzw. Zweiwellenextruder bei Temperaturen von 90 bis 130°C zu einer breiten Masse verschmolzen, nach dem Abkühlen gebrochen, vermahlen und vorzugsweise mittels eines 100μ Siebes gesiebt. Hauptsächlich verwendetes Pigment bei Weißartikel ist TiO_2 (Rutil), welches in Mengen bis zu 35 %, bezogen auf das Basisharz verwendet werden kann.

Die optischen Aufheller können als Einzelprodukte oder in Mischung eingesetzt werden, wobei durch das Mischen auch synergistische Effekte erzielt werden können. Es besteht auch die Möglichkeit, die Aufheller mit zusätzlichen Additiven zu versehen wie Nuancierfarbstoffe oder Pigmente, Fluoreszenzfarbstoffe oder Pigmente, welche zu verbesserten Weißeffekten oder zu charakteristischen Kombinationseffekten zwischen Aufheller und Pigment oder Farbstoff führen kann.

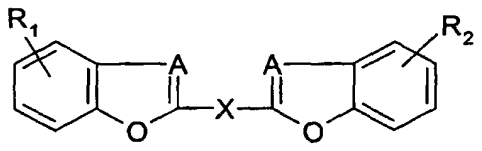
Ferner kann der Aufheller auch in Form eines Masterbatches der Pulvermischung zugegeben werden.

Die Menge an eingesetztem Aufheller richten sich nach der Löslichkeit des Produktes im zugrunde liegenden Harzmaterial. Zum Kompensieren eines natürlichen Gelbstiches sind Aufhellermengen von ca. 2 bis zu 50 ppm ausreichend, wobei die Wirksamkeit des Aufhellers und die eingesetzte Menge an TiO_2 eine entscheidende Rolle spielen. Im allgemeinen liegen die eingesetzten Aufhellermengen zwischen 50 und 1000 ppm, bevorzugt zwischen 100 und 500 ppm. Höhere Mengen sind nur dann sinnvoll, wenn sich der Aufheller imHarz gut löst.

Die so aufgehellten Werkstücke können vielfachen Verwendungszwecken zugeführt werden, wie z.B. Kühlschränken, Waschmaschinen, Elektroherden, Beschichtung von Stahlmöbeln, Gartenmöbeln, Trennwänden u.v.a.m. Dabei hat sich auch gezeigt, daß die aufgehellten Artikel eine sehr gute Lichtechtheit aufweisen.

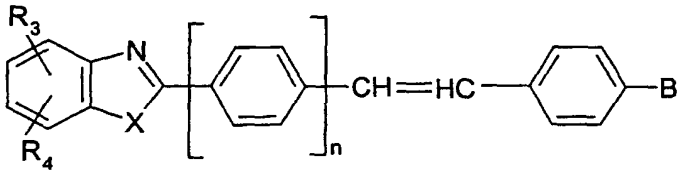
Optische Aufheller, welche sich für das vorliegende Verfahren bevorzugt eignen, sind durch folgende Strukturen gekennzeichnet.

Nichtionische Aufheller der Formeln (1) - (8):



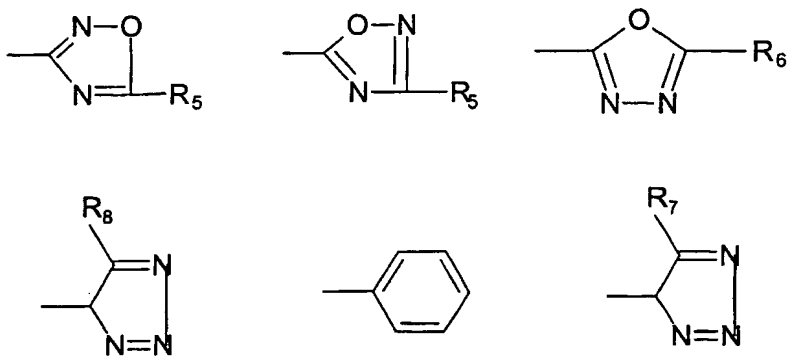
(1)

worin R_1 und R_2 unabhängig voneinander H oder (C_1-C_6)-Alkyl, A = N oder C und X eine Bindung über 1,4-Naphthylen-, 2,5-Thiophen-, 2,5-Furan-, 1,4-Phenylen-, Ethylen-, Stilben-, Styryl- oder Imidazolyleinheiten bedeuten;

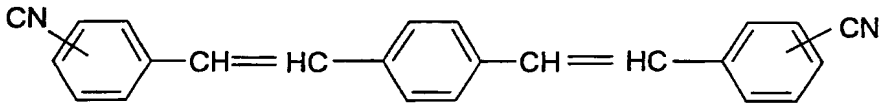


(2)

wobei X = O oder S, R_3 in 5-Stellung ein H- oder Cl-Atom, eine Methyl- oder Phenylgruppe und R_4 ein H-Atom, oder R_3 und R_4 beide eine Methylgruppe in 5, 6- oder 5, 7-Stellung, n = 0 oder 1 und B eine Cyano- oder Carbo-(C_1-C_4)-alkoxygruppe oder eine Gruppe der Formeln:

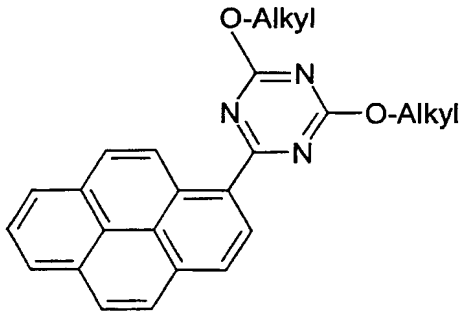


bedeuten, worin R_5 (C_1-C_6)-Alkyl, (C_1-C_6)-Chloralkyl, (C_1-C_4)-alkoxy-(C_1-C_4)alkyl, Hydroxy-(C_1-C_4)-alkyl oder eine Gruppe der Formel $-(CH_2CH_2O)_n$-R, mit n = 2 oder 3 und R = Wasserstoff oder (C_1-C_4)-Alkoxyphenyl, R_7 = (C_1-C_4)-Alkyl und R_8 = Cyano- oder Carbo-(C_1-C_4)-alkoxy bedeuten;

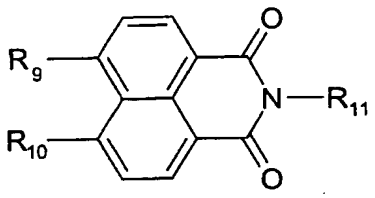


(3)

wobei die CN-Gruppen gleich oder unterschiedlich in o, m, p-Stellung sich befinden können;

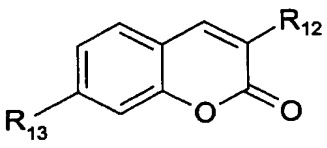


(4)

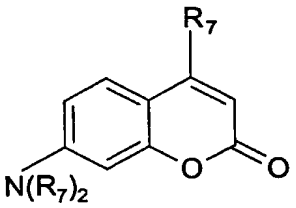


(5)

wobei R_9 Wasserstoff oder Alkoxy-, R_{10} Alkoxy- und R_{11} Alkyl-, Alkoxyalkyl- oder Dialkylaminoalkyl bedeuten;

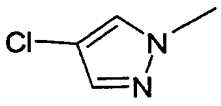


(6)

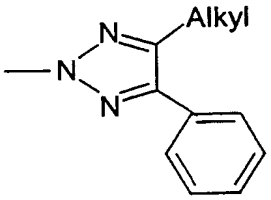


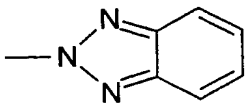
(6a)

wobei R_{12} = Phenyl oder die Gruppe der Formel:

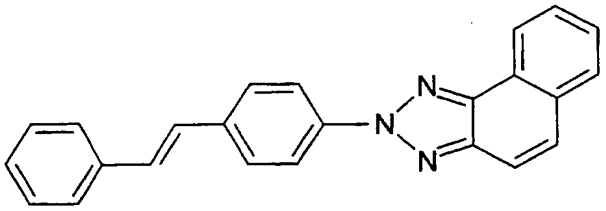


und R_{13} eine der Gruppen der Formeln:

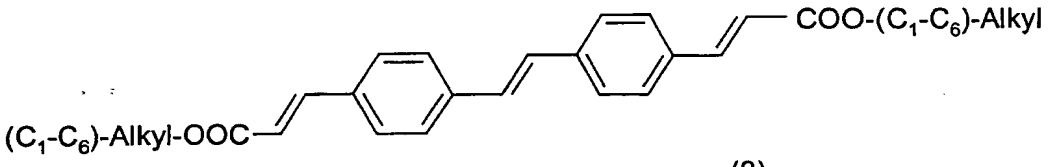




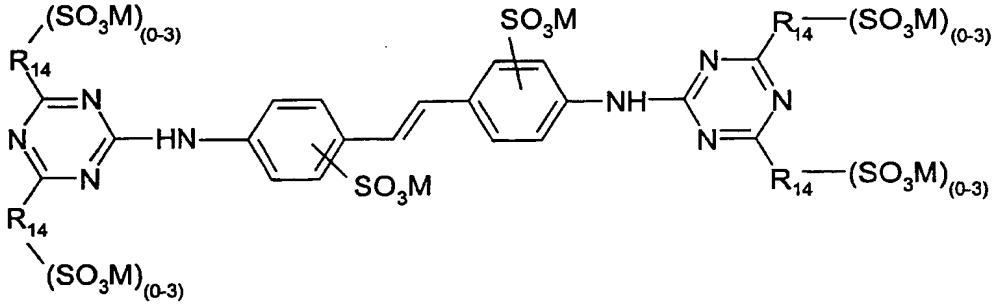
bedeuten.



(7)



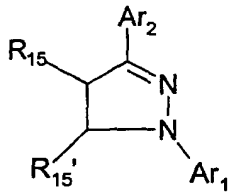
(8)



(9)

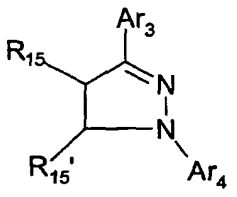
worin R_{14} jeweils unabhängig für OH, NH_2, O-(C_1-C_4)-Alkyl, O-Aryl, NH-(C_1-C_4)-Alkyl, N-((C_1-C_4)-Alkyl)$_2$, N-((C_1-C_4)-Alkyl)-((C_1-C_4)-Hydroxyalkyl), N-((C_1-C_4)-Hydroxyalkyl)$_2$, NH-Aryl, Morpholino, S-(C_1-C_4)-Alkylaryl oder Cl und M für Na^+, K^+, NH_4^+ oder

$NH_{(4-a)}R_a$ steht, worin a = 1, 2 oder 3 und R = C_1-C_4-Hydroxyalkyl, insbesondere C_2-Hydroxyalkyl ist, wobei die stöchiometrischen Indizes der Sulfonatgruppen von der Art des Restes R_{14} abhängig sind, nämlich davon, wie viele solcher Gruppen diesen Rest tragen kann;



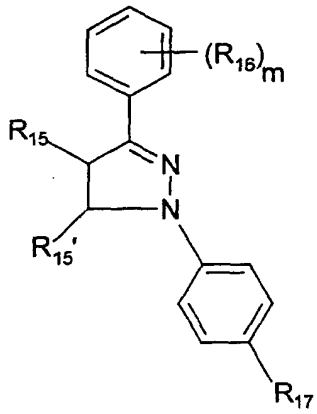
(10)

wobei Ar_1 und Ar_2 unabhängig voneinander substituierte oder unsubstituierte Arylreste und R_{15} und $R_{15'}$, die gleich oder verschieden sein können, Wasserstoff, $(C_1\text{-}C_4)$-Alkyl oder Phenyl bedeuten;



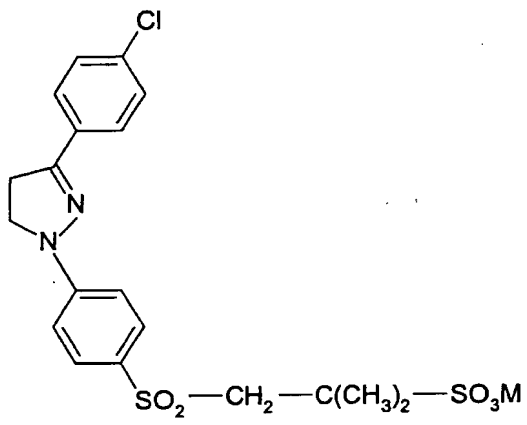
(11)

worin Ar_3 und Ar_4 unabhängig voneinander Phenyl-, Diphenyl- oder Naphtylreste bedeuten, die weitere Substituenten wie Hydroxy, $(C_1\text{-}C_6)$-Alkyl-, $(C_1\text{-}C_6)$-Alkoxy-, Halogen, Hydroxyalkyl-, Amino-, Alkylamino-, Acylamino-, Carboxyl-, Alkoxylcarbonyl-, Sulfonsäure-, Sulfosäureester-, Alkylsulfonyl-, Arylsulfonyl-, Sulfonyl- und Sulfonamidgruppen tragen können;

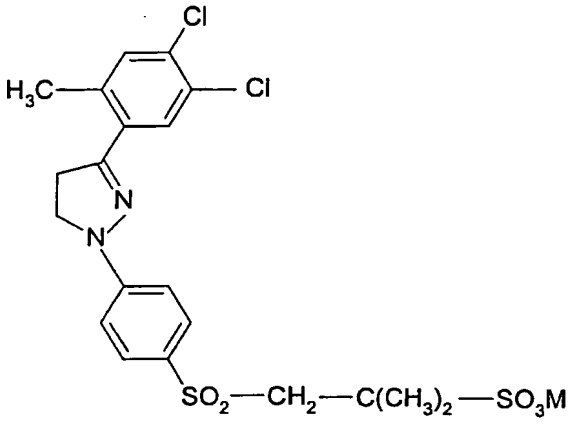


(12)

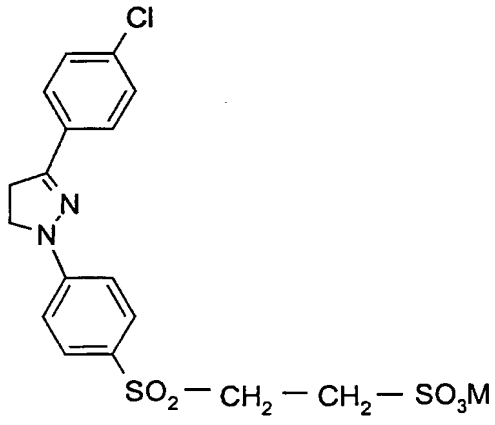
worin R_{16} Halogen oder (C_1-C_6)-Alkyl, R_{17} eine substituierte oder unsubstituierte (C_1-C_6)-Alkoxycarbonyl-, (C_1-C_6)-Alkylsulfonyl-, Sulfonamid- oder Sulfonsäure-Gruppe mit m = 0; 1; 2 oder 3 bedeuten;



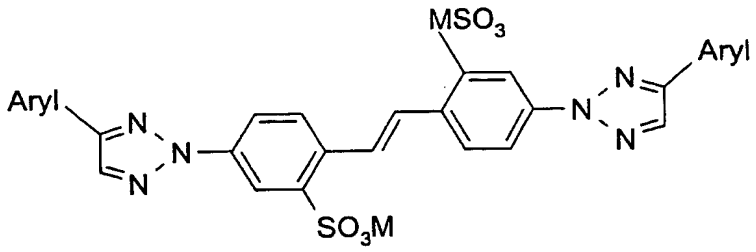
(12a)



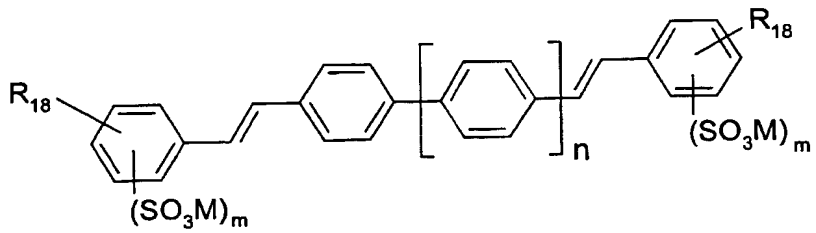
(12b)



(12 c)

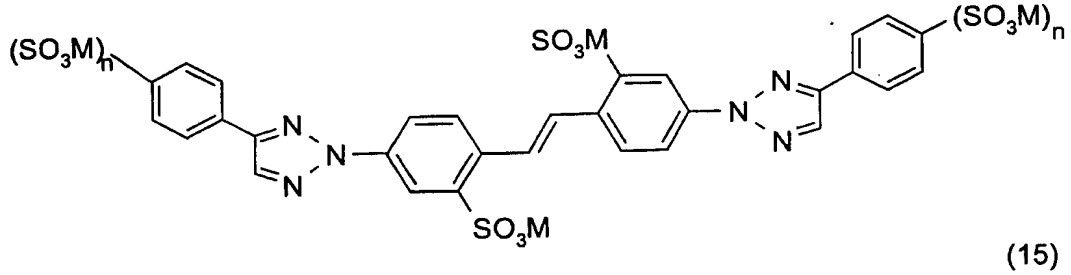


(13)



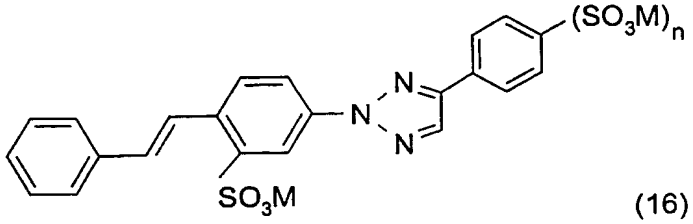
(14)

mit R_{18} = H, Alkyl, Oxalkyl, Halogen, CN, COO-(C_1-C_4)-Alkyl oder CO-N[(C_1-C_4)-Alkyl]$_2$, m = 0 oder 1 und n = 0 oder 1;



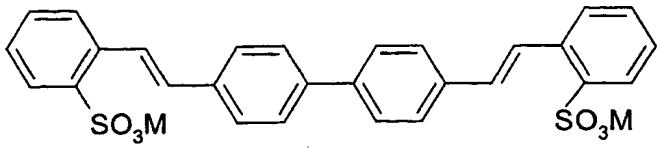
(15)

worin n = 0 oder 1 bedeutet;

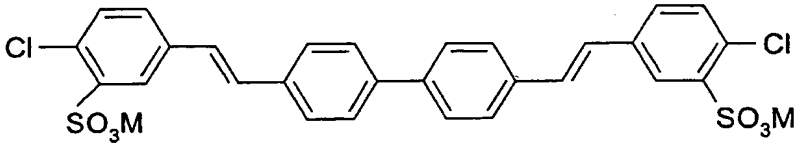


(16)

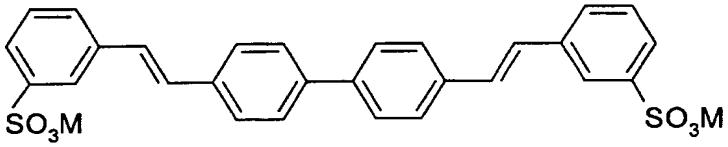
worin n = 0 oder 1 bedeutet;



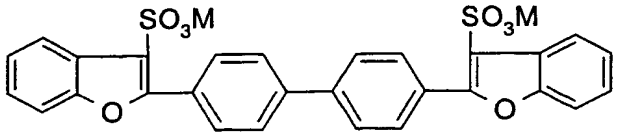
(17)



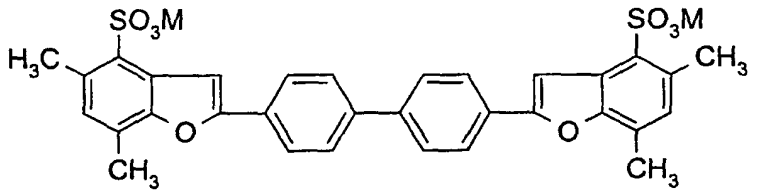
(18)



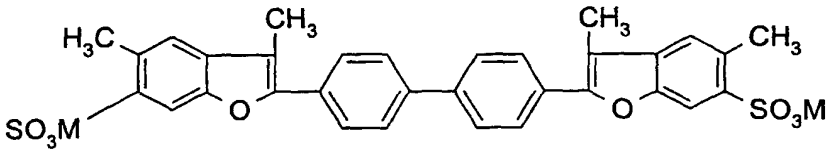
(19)



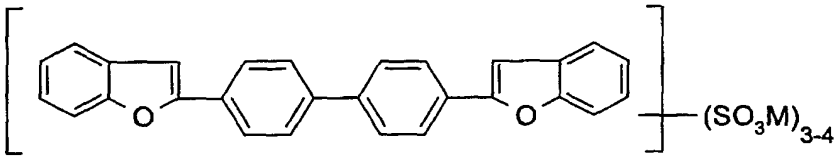
(20)



(21)

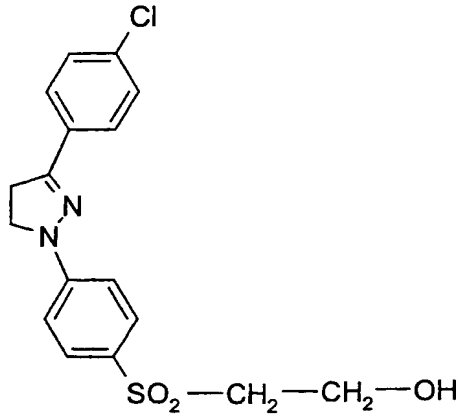


(22)

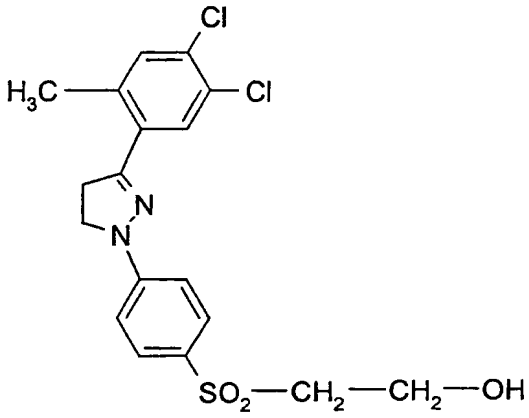


(23)

worin die Sulfonatgruppen an beliebigen Positionen der aromatischen Systeme stehen können.

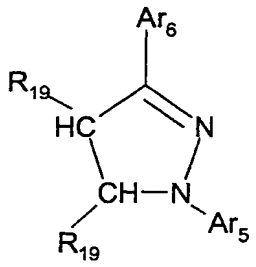


(23a)



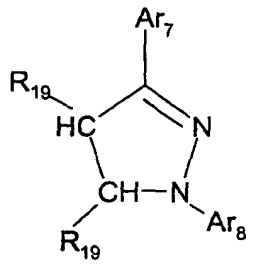
(23b)

Bei den kationischen optischen Aufhellern handelt es sich um Verbindungen von Formeln mit Pyrazolingrundstruktur, welche in der Salzform vorliegen, also Säure-Additionssalze sind. Als Säuren kommen hierfür solche in Betracht, die farblose Anionen haben, wie z. B. C_1-C_3-Alkanoate, C_1-C_4-Alkanphosphate, C_1-C_4-Alkansulfonate, C_2-C_3-Hydroxyalkanoate, Alkansulfonate, Phosphit, Sulfamid, Halogenide, Methosulfat, p-Toluolsulfonat, vorzugsweise solche, die gute Wasserlöslichkeiten aufweisen. Darunter sind auch Verbindungen der Formeln (24) bis (30) zu verstehen:



(24)

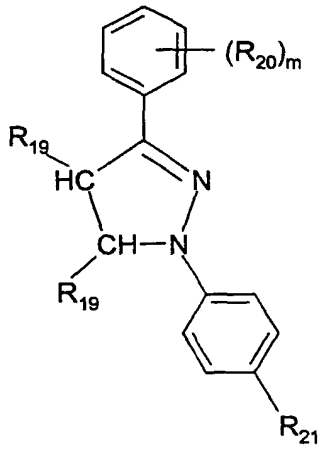
worin Ar_5 und Ar_6 unabhängig voneinander substituierte oder unsubstituierte Arylreste und R_{19} Wasserstoff, C_1-C_4-Alkyl oder Phenyl bedeuten.



(25)

Worin Ar_7 und Ar_8 unabhängig voneinander Phenyl-, Diphenyl- oder Naphtylreste bedeuten, die weitere Substituenten wie Hydroxy, C_1-C_6-Alkyl-, C_1-C_6-Alkoxy, Halogen, Hydroxyalkyl, Amino-, Alkylamino-, Acylamino-, Carboxyl-, Alkoxycarbonyl-, Sulfonsäure-, Sulfonsäureester-, Alkylsulfonyl-, Sulfonyl- und Sulfonamidgruppen tragen können, und R_{19} die obige Bedeutung hat.

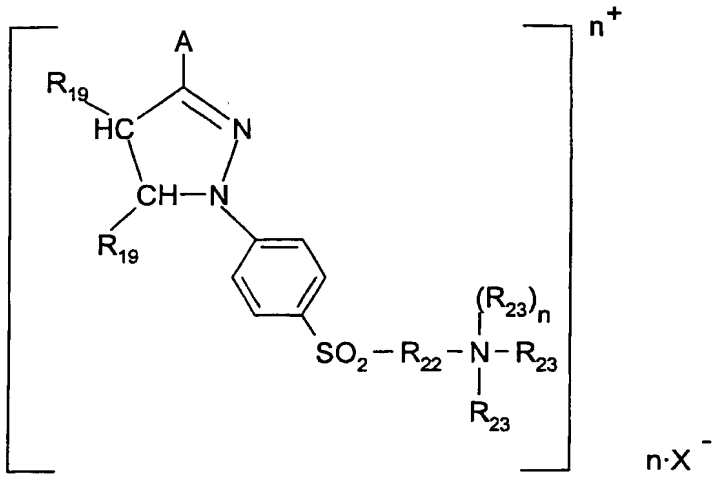
Besonders zu erwähnen sind Verbindungen der Formel:



(26)

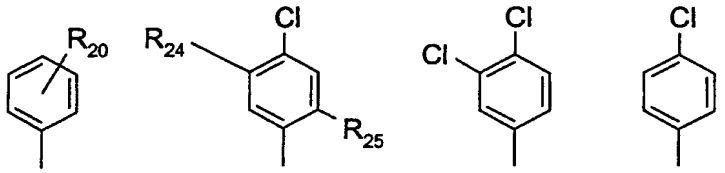
worin R_{20} Wasserstoff, Halogen oder C_1-C_6-Alkyl, R_{21} eine substituierte oder unsubstituierte C_1-C_6-Alkoxycarbonyl-, C_1-C_6-Alkansulfonyl-, Sulfonamid- oder Sulfonsäure-Gruppe, m = 0; 1; 2 oder 3 bedeuten und R_{19} die obige Bedeutung hat.

Besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formel:



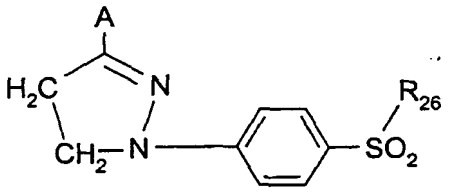
(27)

worin A eine Gruppe der Formeln:



bedeutet und worin R_{22} substituiertes oder unsubstituiertes C_1-C_6-Alkylen, C_1-C_6-Alkylen-O-(C_1-C_6)-Alkylen, (C_1-C_6)-Alkylen-CONH-(C_1-C_6)-Alkylen, (C_1-C_6)-Alkylen-CONH-(C_1-C_6)-Alkylen, -NH-(C_2-C_4)-Alkylen oder (C_2-C_4)-Hydroxyalkylen-NH-(C_2-C_4)-Hydroxyalkylen, R_{23} unabhängig voneinander Wasserstoff, (C_1-C_6)-Alkyl,
(C_2-C_6)-Hydroxyalkyl oder jeweils zwei Reste R_{23} zusammen mit N-Atom eine Morpholino-, Pyrrolidino-, Piperidino-, N-Alkylpiperazino- oder N-Hydroxyethylpiperazinogruppe, R_{24} und R_{25} unabhängig voneinander Wasserstoff, Methyl, oder Chlor bedeuten, R_{19} die obige Bedeutung hat, n = 0 oder 1 und X ein farbloses Anion ist.

Als gebräuchliche Pyrazolin-Aufheller kommen vor allem die Verbindungen der folgenden Formel in Frage:

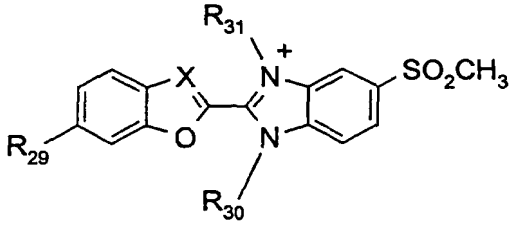


(28)

worin A eine 4-Chlorphenylgruppe und R_{26} eine Gruppe der folgenden Formeln darstellt: $-NH_2$, $-C_2H_4N(CH_3)_2$, $-CH_2CHCH_3N(CH_3)_2$, $-C_2H_4OC_2H_4N(CH_3)_2$, $-CH(CH_3)CH_2N(CH_3)_2$ oder A eine 2-Methyl-4,5-dichlorphenylgruppe und R_{26} eine Gruppe der Formel $-C_2H_4N(CH_3)_2$, $(CH_2)_x$-$OCOR_{27}$ oder $(CH_2)_x$-$OCOR_{28}$, x eine Zahl von 1 bis 4, R_{27} C_1-C_6-, vorzugsweise C_1-C_3-Alkyl oder C_1-C_6-, vorzugsweise C_1-C_3-Hydroxyalkyl, R_{28} Wasserstoff oder C_1-C_6-, vorzugsweise C_1-C_3-Alkyl darstellen.

Als C_1-C_6-Alkylreste kommen unverzweigte und verzweigte Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Butyl-, Pentyl-, und Hexylrest in Betracht. Entsprechendes gilt für die C_1-C_8-Alkoxygruppen und für die C_1-C_6-Alkylengruppen.

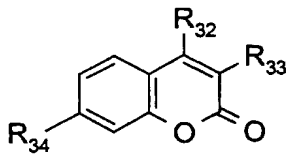
Weitere Verbindungen kationischer Natur sind Benzimidazol-benzofuran-Derivate oder Benzimidazol-benzoxazol-Derivate der allgemeinen Formel:



(29)

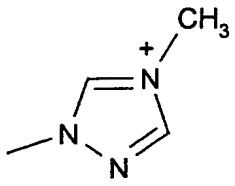
wobei X = N, oder CH sein kann und R_{29} C_1-C_4-Alkoxy, R_{30} und R_{31} unabhängig voneinander C_1 bis C_4-Alkyl und An^- für ein farbloses Anion wie oben beschrieben steht.

Weitere Verbindungen kationischer Natur sind auf Cumarin-Basis, aufgebaut.

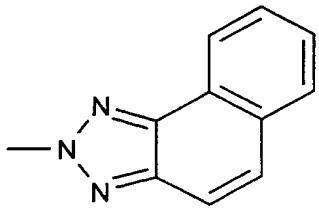


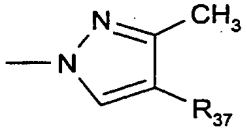
(30)

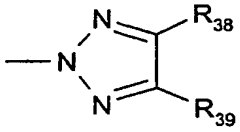
worin R_{32} Wasserstoff, Halogen oder CH_2COOH, R_{33} Wasserstoff, Phenyl, COO-(C_1-C_4)-Alkyl oder eine Gruppe der folgenden Formel sein kann:



und R_{34} O-(C_1-C_4)-Alkyl, N[(C_1-C_4)-Alkyl]$_2$, NH-CO-(C_1-C_4)-Alkyl oder eine Gruppe der Formeln

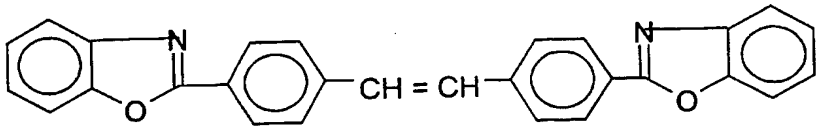




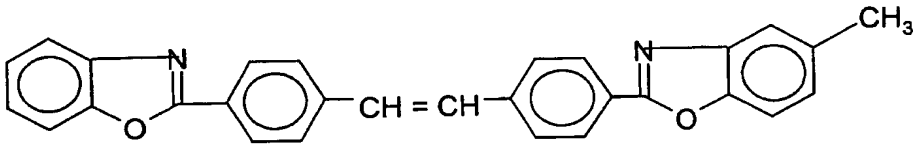


wobei R_{37}, R_{38} und R_{39} unabhängig voneinander Wasserstoff, C_1-C_4-Alkyl oder Phenyl bedeuten. Die Einsatzkonzentrationen an optischen Aufhellern können erstaunlicherweise sehr niedrig liegen. Bezogen auf die Präparationsmischung werden schon mit 0,01 % handelsübliche Aufhellermischungen bzw. 0,001 % Wirksubstanz deutliche Weißeffekte erzielt.

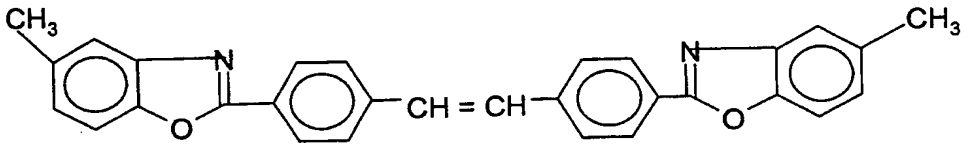
Ganz besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formeln 31 - 37 oder Mischungen davon



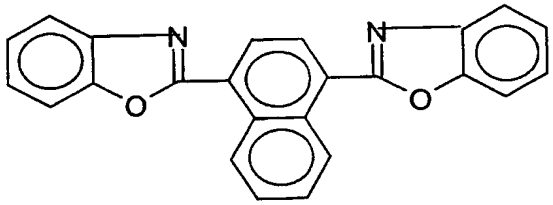
(31)



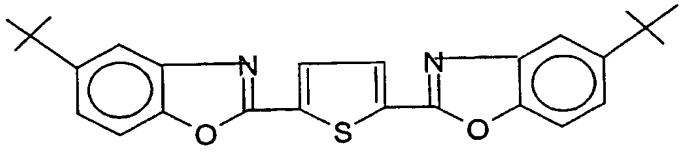
(32)



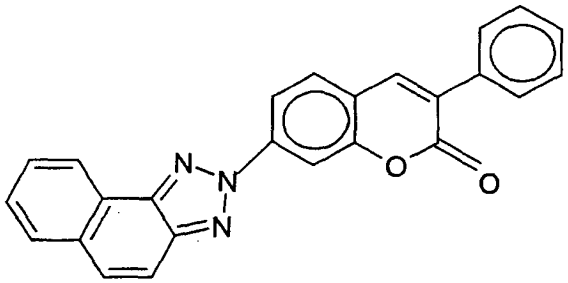
(33)



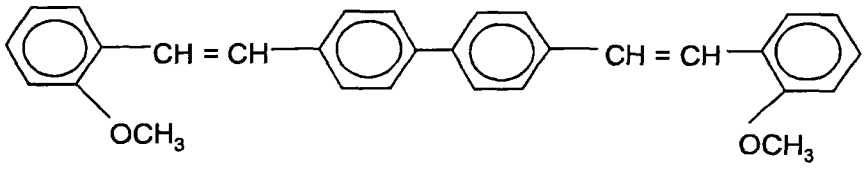
(34)



(35)



(36)



(37)

wenn ein Polyester-, Polyolefin-, Polyvinylchlorid-, Celluloseester- oder Epoxymaterial aufgehellt werden soll.

Für Pulver auf Polyamid- und Polyurethanbasis eignen sich besonders Verbindungen der Formeln 9 bis 23, während kationische optische Aufheller der Formeln 24 bis 30 bevorzugt zum Aufhellen von säuregruppenhaltigen Pulverpolymeren verwendet werden.

Beispiele

Sofern nicht anders gekennzeichnet, bedeuten alle %-Angaben Gewichtsprozente.

Beispiel 1

Eine Mischung bestehend aus

70 Teilen eines Copolymers aus Polyester-Triglycidyl-isocyanurat (TGIC)

14 Teilen $BaSO_4$ (®Blankfix N)

16 Teilen TiO_2 (®Kronos 2310)

wird bei 110°C extrudiert (Doppelwellenextruder).

Das heiße Produkt wird über eine wassergekühlte Rutsche zwischen zwei Kühlwalzen geleitet, zu einer Platte gepreßt und auf Raumtemperatur gekühlt. Das Material wird manuell gebrochen und anschließend in einer Retschmühle (ZM 100) ohne Produktüberhitzung zerkleinert. Durch anschließendes Sieben werden Anteile von > 90 µm entfernt.

Die Beschichtung erfolgt mittels einer ITW Gema PB-1 Pistole bei einer Einstellung der Steuereinheit von 30 kV und 30 µA. Der Förderluftdruck beträgt 1,6 bar. Das an einem Draht und Erdungsbalken aufgehängte Stahlblech wird in einem Abstand von 20 cm beschichtet und an Gittern zum Einbrennen bereitgehalten. Es wird 20 min auf 180°C erhitzt. Die erzielte Schichtstärke beträgt 200 µm und deckt damit den Untergrund ab.

Die Weißeffekte werden nach der Formel von Ganz/Grießer gemessen. Es werden 10 Weißgrad-Einheiten erzielt.

Beispiel 2

Es wird wie in Beispiel 1 gearbeitet. Die Pulvermischung erhält jedoch zusätzlich 0,02 %eines Aufhellers der Formel 30. Der erzielte Weißeffekt beträgt 63 Einheiten.

Beispiel 3

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Erhitzt wird jedoch auf 200°C während 10 min. Der erzielte Weißeffekt beträgt 11 Einheiten.

Beispiel 4

Es wird wie bei Beispiel 2 gearbeitet. Erhitzt wird jedoch auf 200°C während 10 min. Der erzielte Weißeffekt beträgt 64 Einheiten.

Beispiel 5

Es wird wie unter 1 und 2 beschrieben gearbeitet. dabei wird ein "Schwarz über Weiß-Trägerblech" verwendet. Die applizierte Schichtdicke beträgt 120 µm.

Es werden folgende Weißeffekte erzielt:

	Schwarz	Weiß
Ohne Aufheller	37 WG	99 WG
Mit 0,02 % eines Aufhellers der Formel (32)	88 WG	143 WG

Beispiel 6

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Zum Einsatz gelangen jedoch 35 % TiO_2 und 49 % Harz. Man erzielt einen Weißgrad von 66 Einheiten. Gibt man der Mischung noch 0,03 % eines Aufhellers der Formel 32 hinzu, so wird der Weißeffekt auf
78 Einheiten gesteigert. Das so aufgehellte Blech zeichnet sich durch eine sehr gute Lichtechtheit aus.

Beispiel 7

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Als optische Aufheller werden jedoch 0,02 % Aufheller der Formel 32 eingesetzt. Man erhält einen Weißgrad von 72 Einheiten.

Beispiel 8

Es wird wie unter 1 gearbeitet. Als optische Aufheller werden 0,03 % eines Aufhellers der Formel 34 eingesetzt. Man erhält einen Weißgrad von 69 einheiten.

Beispiel 9

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Als optische Aufheller werden 0,03 % eines Aufhellers der Formel 35 verwendet. Man erhält einen Weißgrad von 73 Einheiten.

Beispiel 10

Eswird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Als optische Aufheller werden 0,03 % eines Aufhellers der Formel 36 eingesetzt. Man erhält einen Weißeffekt von 70 Weißgradeinheiten.

Beispiel 11

Es wird wie bei Beispiel 1 gearbeitet. Als Harz werden jedoch 56 Teile eines Polyurethanderivats, hergestellt durch Umsetzung eines Hydroxypolyesters mit einem Isocyanat verwendet. Als Aufheller werden 0,05 % eines Aufhellers der Formel 12c eingesetzt. Der Anteil an TiO_2 beträgt 30 Teile. Man erhält einen Weißeffekt von 68 Einheiten. Arbeitet man ohne Aufheller, so werden nur 57 Einheiten erzielt. Das aufgehellte Werkstück zeichnet sich durch eine sehr gute Homogenität und Lichtechtheit aus.

Patentansprüche

1. Verwendung optischer Aufheller in Mengen von mehr als 2 ppm, bezogen auf die Gesamtmasse des Beschichtungsmaterials bei der Pulverbeschichtung von Werkstücken mit Harzen.

2. Verfahren zur Herstellung optisch aufgehellter Werkstücke durch Pulverbeschichtung des Werkstücks mit mehr als 2 ppm optischem Aufheller, sowie Harz und gegebenenfalls weitere Hilfsstoffe enthaltendem Pulver, und nachfolgendes Einbrennen des Beschichtungsmaterials.

3. Verfahren gemäß Anspruch 2, wobei die Beschichtung als elektrostatische Pulverbeschichtung oder als Pulverbeschichtung nach dem Wirbelsinterverfahren durchgeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, worin das Beschichtungsmaterial zusätzlich ein Weißpigment enthält.

5. Verfahren nach Anspruch 4, worin das Weißpigment TiO_2 enthält.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Interr nal Application No
PCT/EP 00/08243

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C09D5/03 C09D5/46

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C09D

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 806 445 A (MORTON INTERNATIONAL INC.) 12 November 1997 (1997-11-12) abstract page 4, line 8-14	1-5
X	EP 0 713 905 A (MINERALS GIRONA) 29 May 1996 (1996-05-29) column 3, line 2-41	1-5
X	DE 199 07 957 A (CIBA SPECIALTY CHEMICALS HOLDING) 2 September 1999 (1999-09-02) abstract page 4, line 30 -page 5, line 67 page 8, line 9,10 page 10, line 34,35	1-5

-/--

[X] Further documents are listed in the continuation of box C.

[X] Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
13 December 2000	27/12/2000

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Girard, Y

1

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern nal Application No
PCT/EP 00/08243

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication,where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197728 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A14, AN 1977-49707Y XP002155390 & JP 52 022767 B (SUMITOMO CHEM CO LTD), 20 June 1977 (1977-06-20) abstract ---	1-5
P,X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 05, 14 September 2000 (2000-09-14) & JP 2000 044841 A (BANDO CHEM IND LTD), 15 February 2000 (2000-02-15) abstract -----	1-5

1

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Interr nal Application No
PCT/EP 00/08243

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 806445 A	12-11-1997	US 5714206 A	03-02-1998
		CA 2202336 A	06-11-1997
		EP 0942050 A	15-09-1999
		US RE36742 E	20-06-2000
		US 5907020 A	25-05-1999
		US 6077610 A	20-06-2000
EP 713905 A	29-05-1996	NONE	
DE 19907957 A	02-09-1999	IT MI990376 A	27-08-1999
		JP 11292910 A	26-10-1999
JP 52022767 B	04-12-1975	JP 895603 C	30-01-1978
		JP 50151225 A	04-12-1975
JP 2000044841 A	15-02-2000	NONE	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intern. nales Aktenzeichen
PCT/EP 00/08243

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C09D5/03 C09D5/46

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C09D

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)
WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 806 445 A (MORTON INTERNATIONAL INC.) 12. November 1997 (1997-11-12) Zusammenfassung Seite 4, Zeile 8-14 ---	1-5
X	EP 0 713 905 A (MINERALS GIRONA) 29. Mai 1996 (1996-05-29) Spalte 3, Zeile 2-41 ---	1-5
X	DE 199 07 957 A (CIBA SPECIALTY CHEMICALS HOLDING) 2. September 1999 (1999-09-02) Zusammenfassung Seite 4, Zeile 30 -Seite 5, Zeile 67 Seite 8, Zeile 9,10 Seite 10, Zeile 34,35 --- -/--	1-5

[X] Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

[X] Siehe Anhang Patentfamilie

° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
13. Dezember 2000	27/12/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Girard, Y

1

Formblatt PCT/ISA/210 (Blatt 2) (Juli 1992)

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Interr. nales Aktenzeichen
PCT/EP 00/08243

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 197728 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A14, AN 1977-49707Y XP002155390 & JP 52 022767 B (SUMITOMO CHEM CO LTD), 20. Juni 1977 (1977-06-20) Zusammenfassung ---	1-5
P,X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 2000, no. 05, 14. September 2000 (2000-09-14) & JP 2000 044841 A (BANDO CHEM IND LTD), 15. Februar 2000 (2000-02-15) Zusammenfassung -----	1-5

1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Intern .ales Aktenzeichen
PCT/EP 00/08243

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 806445 A	12-11-1997	US 5714206 A	03-02-1998
		CA 2202336 A	06-11-1997
		EP 0942050 A	15-09-1999
		US RE36742 E	20-06-2000
		US 5907020 A	25-05-1999
		US 6077610 A	20-06-2000
EP 713905 A	29-05-1996	KEINE	
DE 19907957 A	02-09-1999	IT MI990376 A	27-08-1999
		JP 11292910 A	26-10-1999
JP 52022767 B	04-12-1975	JP 895603 C	30-01-1978
		JP 50151225 A	04-12-1975
JP 2000044841 A	15-02-2000	KEINE	